

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-327924

(43)Date of publication of application : 29.11.1994

(51)Int.Cl.

B01D 53/04  
B01D 53/14  
B01D 53/34  
C23F 4/00  
// B01D 53/36  
H01L 21/302

(21)Application number : 03-356146

(71)Applicant : NIIGATA ENG CO LTD

(22)Date of filing : 24.12.1991

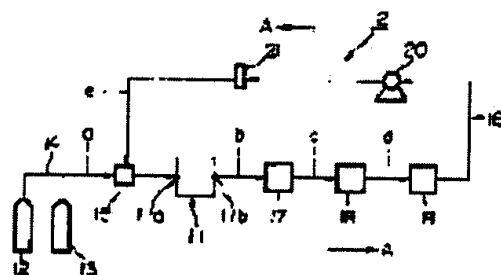
(72)Inventor : NAGAOKA HITOSHI  
NOI SHINGO  
TAKAHASHI MASAKAZU

## (54) GAS RECOVERING AND CIRCULATING DEVICE

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To reduce the consumption of an expensive gas with a gas recovering and circulating device at the time of working a material with a working device using radial reaction by recovering and recycling a reactive gas in the gas discharged from the working device and a carrier gas.

**CONSTITUTION:** The reactional product in a gas discharged from a working device 11 is separated and removed by an adsorption tank 17 in a gas recovering and circulating device 12, water is removed by a dehydration tank 18, and oxygen is removed in a deoxygenation tank 19, and the suspended fine particle is removed by a filter 21. Consequently, a recovered gas consisting of only the unreacted gas and carrier gas is sent to a feed tank 15 having a gas sucking and boosting source 20, the deficiency of the reactive gas and carrier gas is supplied to adjust the reactive gas to a specified concn., and the gas is introduced into the working device 11.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

04.02.1993

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

特公平7-36886

(24) (44) 公告日 平成7年(1995)4月26日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 53/04	Z A B Z			
53/14	Z A B C			
53/34	Z A B			
			B 0 1 D 53/ 34	1 3 4 Z
				Z A B
請求項の数 3 (全 9 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号	特願平3-356146	(71) 出願人	000003931 株式会社新潟鉄工所 東京都千代田区霞が関1丁目4番1号
(22) 出願日	平成3年(1991)12月24日	(72) 発明者	長岡 仁 千葉県松戸市小金きよしが丘3-4-29
(65) 公開番号	特開平6-327924	(72) 発明者	野井 伸悟 神奈川県横浜市磯子区新磯子町27 株式会 社新潟鉄工所 材料構造研究部内
(43) 公開日	平成6年(1994)11月29日	(72) 発明者	高橋 正和 神奈川県横浜市磯子区新磯子町27 株式会 社新潟鉄工所 材料構造研究部内
		(74) 代理人	弁理士 志賀 正武 (外2名)
		審査官	大熊 幸治
		(56) 参考文献	特開 昭62-158325 (J P, A)

## (54) 【発明の名称】 ガス回収循環装置

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 反応性ガスとキャリアガスとを含有する気体雰囲気中に配した被加工物近傍で、放電またはレーザ光励起により選択的に該反応性ガスを活性化せしめ、生じた化合物を気化させて該被加工物を切断加工する加工装置に接続され、該加工装置からの排出ガス中から上記反応ガスと上記キャリアガスを回収し、該加工装置に反応性ガスとキャリアガスを供給するガス供給系に返送するガス回収循環装置であって、  
上記加工装置の排気系と上記ガス供給系との間に設けられたガス循環管路と  
該ガス循環管路に介在され、少なくとも該排出ガス中の反応生成物を吸着除去する吸着槽と、該排出ガス中の水分を除去する脱水槽と、該排出ガス中の酸素を除去する脱酸素槽と、該排出ガス中に浮遊する微粒子を除去する

フィルタとを具備し、該排出ガス中から上記反応性ガス及び上記キャリアガス以外の不要成分を分離除去する排出ガス精製手段と、

該加工装置からの排出ガスを該精製手段に導くとともに、該精製手段で精製された回収ガスを上記加工装置のガス供給系に返送するガス循環手段とを備えたことを特徴とするガス回収循環装置。

【請求項2】 反応性ガスとキャリアガスとを含有する気体雰囲気中に配した被加工物近傍で、放電またはレーザ光励起により選択的に該反応性ガスを活性化せしめ、生じた化合物を気化させて該被加工物を切断加工する加工装置に接続され、該加工装置からの排出ガス中から上記反応ガスと上記キャリアガスを回収し、該加工装置に反応性ガスとキャリアガスを供給するガス供給系に返送するガス回収循環装置であって、

上記加工装置の排気系と上記ガス供給系との間に設けられたガス循環管路と、

該ガス循環管路に介在され、少なくとも該排出ガス中の反応生成物を吸着除去する吸着槽と、該排出ガス中の水分を除去する脱水槽と、該排出ガス中の酸素を除去する脱酸素槽と、該排出ガス中に浮遊する微粒子を除去するフィルタと、排出ガスを凝縮し、凝縮成分と非凝縮成分とに分離する凝縮手段とを具備し、該排出ガス中から上記反応性ガス及び上記キャリアガス以外の不要成分を分離除去する排出ガス精製手段と、

該加工装置からの排出ガスを該精製手段に導くとともに、該精製手段で精製された回収ガスを上記加工装置のガス供給系に返送するガス循環手段とを備えたことを特徴とするガス回収循環装置。

【請求項3】前記ガス供給系の供給ガス組成を分析するガス分析手段と、該供給ガス圧を測定するガス圧力検出手段と、該ガス分析手段および該ガス圧力検出手段の測定結果に基づいて、該ガス供給系への反応性ガス及びキャリアガスの供給量を制御する制御手段とを具備したことを特徴とする請求項1または2記載のガス回収循環装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、プラズマあるいはレーザーによるラジカル（遊離基）反応を利用した加工装置に接続され、この加工装置より排出される排出ガス中から反応性ガスとキャリアガスを回収再利用するガス回収循環装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、プラズマあるいはレーザーによるラジカル反応を用いて被加工物に加工を施す加工装置が知られている。例えば、半導体シリコン基板に、エッチングを施す加工装置では、図1に示すように塩素・酸素等の反応性ガスと、ヘリウム等のキャリアガスを加工装置1内に供給し、反応性ガスのラジカルをシリコンに反応させて揮発性のハロゲン化シリコンを生成させ、シリコン基板をエッチング加工する。

【0003】上記加工装置1内で行われるエッチング加工では、反応性ガスのラジカルが被加工物表面に接触して反応するものであるから、上記加工装置1内に供給された反応ガスのうち実質的に使われる反応性ガス量は小さく、このため該加工装置1から排出される排出ガス中には、上記した未反応の反応性ガスが相当量残存している。また、上記排出ガス中には、この未反応の反応性ガス（以下、未反応ガスという。）に加え、キャリアガス、さらには上記加工反応によって発生した反応生成物、水分、酸素、浮遊性微粒子等の不要物質も存在している。

【0004】上記排出ガスは、不要物質除去装置3で不要物質を分離除去した後、順次上記加工装置1から反応

系2外へ廃棄される。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来の加工方法にあつては、上記排出ガス中に残存した多量の未反応のガスや不活性ガスを反応系外に排出しこれを廃棄処分していたため、反応性ガス及びキャリアガスの有効利用の観点から極めて非効率的であり、加工コストの増大につながっている。

【0006】本発明は上記事情に鑑みなされたもので、ラジカル反応を用いた加工装置を用いて被加工物を加工する際、この加工装置から排出される排出ガス中の反応性ガスとキャリアガスを回収再利用することにより、高価なガスの消費を低減するためのガス回収循環装置の提供を目的としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記課題は、反応性ガスとキャリアガスを含有する気体雰囲気中に配した被加工物近傍で、放電またはレーザー光励起により選択的に該反応性ガスを活性化せしめ、生じた化合物を気化させて該被加工物を切断加工する加工装置に接続され、該加工装置からの排出ガス中から上記反応ガスと上記キャリアガスを回収し、該加工装置に反応性ガスとキャリアガスを供給するガス供給系に返送するガス回収循環装置であつて、上記加工装置の排気系と上記ガス供給系との間に設けられたガス循環管路と、該ガス循環管路に介在され、少なくとも該排出ガス中の反応生成物を吸着除去する吸着槽と、該排出ガス中の水分を除去する脱水槽と、該排出ガス中の酸素を除去する脱酸素槽と、該排出ガス中に浮遊する微粒子を除去するフィルタとを具備し、該排出ガス中から上記反応性ガス及び上記キャリアガス以外の不要成分を分離除去する排出ガス精製手段と、該加工装置からの排出ガスを該精製手段に導くとともに、該精製手段で精製された回収ガスを上記加工装置のガス供給系に返送するガス循環手段とを備えて構成されたガス回収循環装置によって解決される。

【0008】また、上記ガス循環管路に介在する上記排出ガス精製手段は、少なくとも請求項1と同一の構成要素に排出ガスを凝縮し、凝縮成分と非凝縮成分とを分離する凝縮手段を加えた構成であってもよい。

【0009】また、上記請求項1または2記載のガス回収循環装置に、ガス供給系の供給ガス組成を分析するガス分析手段と、該供給ガス圧を測定するガス圧力検出手段と、該ガス分析手段および該ガス圧力検出手段の測定結果に基づいて、該ガス供給系への反応性ガス及びキャリアガスの供給量を制御する制御手段とを具備した構成としてもよい。

【0010】

【作用】本発明によるガス回収循環装置は、上記構成としたことにより、加工装置から排出される排出ガス中の反応生成物は吸着槽で除去され、水分は脱水槽で除去さ

れ、酸素は脱酸素槽で除去され、浮遊する微粒子はフィルタで除去される。これにより、上記排出ガス中の反応性ガス及びキャリアガス以外の不要成分が除去され、そこで分離された反応性ガスとキャリアガスが供給系に返送される。

【0011】また、本発明による請求項2記載のガス回収循環装置は、ガス循環管路に介在する請求項1と同一構成の排出ガス精製手段に、排出ガスを凝縮し、凝縮成分と非凝縮成分とを分離する凝縮手段を加えた構成としたので、反応生成物等の不要物質は液体状に封入される。

【0012】また、本発明によるガス回収循環装置は、ガス供給系の供給ガス組成を分析するガス分析手段と、該供給ガス圧を測定するガス圧力検出手段と、該ガス分析手段および該ガス圧力検出手段の測定結果に基づいて、該ガス供給系への反応性ガス及びキャリアガスの供給量を制御する制御手段とを設けたので、回収ガスを供給系に返送しても供給ガス中の反応性ガスとキャリアガスの組成と圧力が一定に保持される。

【0013】

【実施例】図1は、本発明に係るガス回収循環装置の第1実施例を示す図で、図中符号11はプラズマによるラジカル反応を用いて被切断物を切断する加工装置であり、12はガス回収循環装置である。上記加工装置11の内部には、ワイヤ電極とシリコンなどの被切断物が配されており、この加工装置11のガス供給口11aには、塩素・フッ素等の反応性ガスを供給する反応性ガスボンベ12、ヘリウム等のキャリアガスを供給するキャリアガスボンベ13、ガス供給管路14、供給槽15よりなる供給系が接続されている。

【0014】上記反応性ガスボンベ12内の反応性ガスは、上記キャリアガスボンベ13内のキャリアガスとともにガス供給管路14を通して上記供給槽15内に導入されて混合される。その後、供給槽15内の反応性ガスとキャリアガスは、ガス供給管路14を介して加工装置11に導入され、これにより、加工装置11内は反応性ガスとキャリアガスの混合雰囲気となる。

【0015】例えば、反応性ガス(CF<sub>4</sub>)とキャリアガス(He)の混合雰囲気である加工装置11内のワイヤ電極に電圧を印加すると、このワイヤ電極と、上記被切断物(シリコン)との間に放電が発生し、この放電により反応性ガスが活性化してラジカルを生成する。さらにこのラジカルは、被切断物に接触して反応し、揮発性のハロゲン化シリコン(塩化シリコン)を生成させ、これにより被切断物を切断加工することかできる。また、上記加工装置11内で、切断加工が終了すると、この加工装置11内ガスはガス排出口11bから排出される構成となっている。

【0016】上記ガス回収循環装置12は、上記ガス供給管路14に介設されている供給槽15と、一端が上記

加工装置11のガス排出口11bに接続し、他端が供給槽15に接続したガス循環管路16と、このガス循環管路16に図中矢印Aで示されるガス流れ方向に対し順次介設されている吸着槽17、脱水槽18、脱酸素槽19、ガス吸引・昇圧駆動源20およびフィルタ21とから構成されている。

【0017】上記吸着槽17は、上記加工装置11より排出された排出ガス中の反応生成物、例えばSiF<sub>4</sub>、F<sub>2</sub>、SO<sub>x</sub>、HF等を吸着するための槽で、この槽の中には、アルカリ薬剤あるいは金属酸化物等の吸着剤が封入されている。

【0018】上記脱水槽18は、上記加工装置11より排出された排出ガス中の水分を除去するための槽で、この槽の中には、活性炭、モレキュラーシーブ、活性アルミナ、シリカゲル等の吸着剤が封入されている。

【0019】上記脱酸素槽19は、上記加工装置11より排出された排出ガス中の酸素を除去するための槽で、この槽の中には、還元剤となるMg、Ca、Ba等の金属あるいは合成ゼオライト等の吸着剤が封入されている。

【0020】上記ガス吸引・昇圧駆動源20は、加工装置11からの排出ガスを上述した吸着槽17、脱水槽18、脱酸素槽19、およびフィルタ21等のガス精製手段に導くとともに、このガス精製手段で精製された回収ガスを上述した供給槽15に返送する装置であり、このガス吸引・昇圧駆動源20としては、例えば、真空ポンプ、メカニカルブースター、ドライポンプ、ブロアー、コンプレッサー等の装置、あるいはこれらの装置を組み合わせたものを用いるのが好ましい。

【0021】上記フィルタ21は、上記加工装置11より排出された排出ガス中の微粒子(吸着剤、金属微粒子)を捕捉することのできる構造を有するものである。

【0022】次に、上記構成の本実施例のガス回収循環装置12の作用を説明する。上記ガス回収循環装置12が設けられている加工装置11内は、上述した放電によるラジカル反応を用いた加工操作により上記加工装置11内に配されている被加工物の切断加工を行うため、予め上記反応性ガスボンベ12内の反応性ガスが、上記キャリアガスボンベ13内のキャリアガスとともにガス供給管路14を通して送り込まれ、反応ガスとキャリアガスとの混合ガス雰囲気となっている。

【0023】上記混合ガス雰囲気の加工装置11内で上述した加工操作が行われると、まず、加工装置11内部には、被加工物分子と反応性ガスとの反応によって生成した反応生成物、未反応性ガス、キャリアガス、酸素、水分、浮遊性微粒子等の種々のガス状若しくは微粒子状組成物の混合物(以下、排出ガスと略記する。)が存在する。

【0024】上記排出ガスは、ガス回収循環装置12のガス吸引・昇圧駆動源20により、加工装置11のガス

供給口11aからガス循環管路16内に排出され、このガス循環管路16に介設されている吸着槽17、脱水槽18、脱酸素槽19、およびフィルタ21等の装置に順次送られ精製される。

【0025】すなわち、このガス回収循環装置12では、排出ガスの構成成分の内、上記吸着槽17でまず反応生成物が分離除去され、次に、脱水槽18で水分が分離除去され、次に、脱酸素槽19で酸素が分離除去され、最後にフィルタ21で浮遊性微粒子が除去される。これにより、上記排出ガスを、最終的に未反応性ガスとキャリアガスの混合ガス（以下、回収ガスという。）に精製することができる。

【0026】また、上記回収ガスは、ガス吸引・昇圧駆動源20により供給槽15に返送され、さらにこの供給槽15内の回収ガスに上記反応ガスポンベ12から反応性ガスが、上記キャリアガスポンベ13からキャリアガスがそれぞれ不足分だけ補充されて所定反応ガス濃度に調整され、その後ガス吸引・昇圧駆動源20により再度加工装置11内に導入される。

【0027】以上述べたように、本実施例のガス回収循環装置12にあっては、加工装置11の排気系と、ガス供給系との間にガス循環管路16を設け、上記加工装置11より排出された排出ガス中の未反応性ガスとキャリアガスを再利用する構成としたので、反応性ガス及びキャリアガスの有効利用を図ることができ、これにより加工装置11の加工コストの低減化が可能となる。

【0028】また、本実施例のガス回収循環装置12にあっては、上記ガス循環管路16に吸着槽17、脱水槽18、脱酸素槽19、フィルタ21等の排出ガス精製手段を設けたので、排出ガス中から被加工物分子と反応性ガスとの反応によって生成した反応生成物、酸素、水分、浮遊性微粒子等の不要成分を除去することができる。これにより不要成分を含まない回収ガスが供給槽15内に返送され、加工装置11内への供給ガスとして再使用される。

【0029】（実験例1）上記第1実施例のガス回収循環装置12を実際に製作し、このガス回収循環装置12の性能実験を行った。加工装置11内で放電によるラシカル反応により切断加工される被加工物としてシリコン、反応性ガスとしてSF<sub>6</sub>（純度99.99vol%以上）、キャリアガスとしてHe（純度99.99vol%以上）を用い、加工装置11の始動時、反応性ガスポンベ12から反応性ガスを5vol%となるように、キャリアガスポンベ13からキャリアガスを95vol%となるようにそれぞれガスポンベからの流量を調整し系内に投入した。また、上記運転条件におけるガス回収循環装置12の運転中に、図1中符号aないしeで示されている部位を流れるガスを捕集し、その捕集ガスの組成を経時的に測定した。その結果を表1に示す。

（以下余白）

【0030】

【表1】

ガス成分	a	b	c	d	e
He (vol%)	>94.99	90.08	96.15	96.15	96.15
SF <sub>6</sub> (vol%)	>4.99	3.61	3.84	3.84	3.84
反応生成ガス (vol%)	—	6.30	<1ppm	<1ppm	<1ppm
N <sub>2</sub> (ppm)	<20	<20	<20	<20	<20
O <sub>2</sub> (ppm)	<5	<5	<5	<5	<0.1
H <sub>2</sub> O (ppm)	<5	<5	<5	<0.1	<0.1
その他不純物 (ppm)	<10	<50	<5	<5	<5

（上記表1中の数値の前の符号（>）は、該数値以下であることを示し、符号（<）は、該数値以上であることを示す。また、表1中反応生成ガスとは、SiF<sub>4</sub>等を示す。）

【0031】上記表1からも明らかなように、ガス循環管路16のe部位のガス（回収ガス）組成は、HeおよびSF<sub>6</sub>以外の成分が殆ど含有されていない。従って、

上記回収ガスを加工装置11内に返送し、再利用しても被加工物の品質に影響を与えないことが確認された。

【0032】図2は、本実施例のガス回収循環装置12の第2実施例を示す図である。本実施例のガス回収循環装置12aの相違点は、ガス循環管路16を加工装置11の近傍の分岐点Pで、吸着槽17が介設された管路1

6aと、排出ガスの流れ方向に対して順に脱水槽18、脱酸素槽19が介設された管路16bの2つの管路に岐させ、ガス吸引・昇圧駆動源20の上流側の合流点Qで上記2つの管路16aと16bとを再度合流させた点で、他の構成は、上記ガス回収循環装置12と全く同様である。

【0033】次に、本実施例のガス回収循環装置12aの操作手順を説明する。本実施例のガス回収循環装置12aは、まず加工装置11運転前に、ガス回収循環装置12aのガス吸引・昇圧駆動源20によって、キャリアガスのみをガス循環装置12aのガス循環経路に導入する。この時、キャリアガスは上記2つの管路16a、16bのうち、脱水槽18および脱酸素槽19が介設された管路16b側だけを通過するようになっているので、加工装置11運転前の本操作によりガス循環経路内の水分並びに酸素は予め除去される。

【0034】また、加工装置11の運転が開始されると、加工装置11から排出される排出ガスは、2つの管路16a、16bのうち、吸着槽17が介設された管路16a側だけを通過する。

【0035】図3は、本発明に係るガス回収循環装置の第3実施例を示す図で、図中符号31はガス回収循環装置である。なお、上記第1実施例のガス回収循環装置と同一構成要素に対しては同一符号を付し、詳細な説明を省略する。本実施例のガス回収循環装置31と、先に述べた第1実施例のガス回収循環装置12との相違点は、加工装置11と吸着槽17との間のガス循環管路16に、加工装置11側から順に吸収塔32と、脱水槽18を介設した点である。

【0036】上記吸収塔32は、上記加工装置11より排出された排出ガス中の反応生成物、例えば $\text{SiF}_4$ 、 $\text{F}_2$ 、 $\text{SO}_x$ 、 $\text{HF}$ 等を吸収するための塔で、この塔内

は、例えばアルカリ水溶液あるいは有機系溶剤等の吸収剤が封入されており、この水溶液内に上記排出ガスを通じることにより該排出ガス中の上記反応生成物を除去するものである。

【0037】上述した本実施例のガス回収循環装置31では、上記吸収塔32で排出ガス中の反応生成物の大部分を除去した後、脱水槽18で排出ガス中の水分を除去し、しかる後、内部にアルカリ薬剤あるいは金属酸化物等の吸着剤が封入されている吸着槽17を通じて、再度排出ガス中に残留する反応生成物を吸着除去するので、上記吸着槽17での反応生成物の吸着除去負荷が低減することとなり、これにより吸着槽17内に収納される吸着剤の長寿命化を図り、回収装置のランニングコストを低減することができる。

【0038】(実験例2) 上記第3実施例のガス回収循環装置31を実際に製作し、このガス回収循環装置31の性能実験を行った。実験例1で用いたのと同じ加工装置11内で加工される被加工物としてシリコン、反応性ガスとして $\text{SF}_6$  (純度99.99vol%以上)、キャリアガスとして $\text{He}$  (純度99.99vol%以上)を用い、加工装置11始動時、反応性ガスボンベ12から反応性ガスを5vol%となるように、キャリアガスボンベ13からキャリアガスを95vol%となるようにそれぞれガスボンベからの流量を調整し系内に投入した。また、上記運転条件におけるガス回収循環装置31の運転中に、図3中符号aないしfで示されている部位を流れるガスを捕集し、その捕集ガスの組成を経時的に測定した。その結果を表2に示す。

(以下空白)

【0039】

【表2】

ガス成分	a	b	c	d	e	f
$\text{He}$ (vol%)	>94.99	90.08	95.54	96.54	96.15	96.15
$\text{SF}_6$ (vol%)	>4.99	3.61	3.82	3.82	3.84	3.84
反応生成ガス (vol%)	—	6.30	0.63	0.63	<1ppm	<1ppm
$\text{N}_2$ (ppm)	<20	<20	<20	<20	<20	<20
$\text{O}_2$ (ppm)	<5	<5	<5	<5	<5	<0.1
$\text{H}_2\text{O}$ (ppm)	<5	<5	<100	<0.1	<0.1	<0.1
その他不純物 (ppm)	<10	<50	<30	<30	<5	<5

(上記表2中の数値の前の符号「は、該数値以下であることを示し、符号「は、該数値以上であることを示す。また、表2中反応生成ガスとは、SiF<sub>4</sub>等を示す。)

【0040】上記表2からも明らかなように、ガス循環管路16のf部位のガス(回収ガス)組成は、HeおよびSF<sub>6</sub>以外の成分が殆ど含有されていない。従って、上記回収ガスを加工装置11内に返送し、再利用しても被加工物の品質に影響を与えないことが確認された。

【0041】図4は、本発明に係るガス回収循環装置の第4実施例を示す図で、図中符号41はガス回収循環装置である。本実施例のガス回収循環装置41は、第1実施例のガス回収循環装置12のガス循環管路16における加工装置11と吸着槽17との間に凝縮分離手段48を設けたものである。

【0042】上記凝縮分離手段48は、3つの凝縮器42a、42b、42cと、蒸発槽49を備えた装置である。上記凝縮器42a、42b、42cは、これら凝縮器に流入するガス成分の凝縮温度差を利用した分離装置で、これら凝縮器内部に流入したガスを冷却あるいは加温することにより各ガス成分を個別分離する装置である。

【0043】第1の凝縮器42aは、加工装置11下流側のガス循環管路16に介設され、加工装置11から排出された排出ガス中からキャリアガスとそれ以外の成分に分別する装置である。この凝縮器42aで分別されたキャリアガス(非凝縮成分)は、管路43を介してガス循環管路16に返送される。また、キャリアガス以外の排出ガス成分(凝縮成分)は、管路44を介して凝縮器42bに送られる。

【0044】第2の凝縮器42bは、上記第1の凝縮器42aより送られてきたキャリアガス以外の排出ガス成分を反応生成ガス(非凝縮成分)と、未反応性ガス凝縮物(凝縮成分)とに分別する装置である。この第2の凝縮器42bで分別された未反応性ガス凝縮物は、管路46に介設されている蒸発槽49で凝縮温度以上に加熱されて気化した後、管路46を介してガス循環管路16に返送される。また、反応生成ガスは、反応管路45を介して第3の凝縮器42cに送られる。

【0045】第3の凝縮器42cは、上記第2の凝縮器

42bより送られてきた反応生成ガスを凝縮して液体として封入する装置である。

【0046】また、上記凝縮分離手段48より、ガス循環管路16に返送されたキャリアガスと未反応性ガスは、実施例1のガス回収循環装置12と同様に、上記ガス循環管路16の凝縮分離手段48下流側に介設されている吸着槽17、脱水槽18、脱酸素槽19、およびフィルタ21等の装置に順次送られ、残留反応生成ガス、水分、酸素、浮遊性微粒子等が除去されて精製される。

【0047】本実施例のガス回収循環装置41は、上記したようにガス循環管路16に介在する実施例1と同一構成の吸着槽17、脱水槽18、脱酸素槽19およびフィルタ21よりなるガス精製手段に、排出ガスを凝縮し、凝縮成分と非凝縮成分とを分離する凝縮手段を加えた構成としたので、反応生成物等の不要物質を液体状に封入して分離除去することができる。

【0048】(実験例3)上記第3実施例のガス回収循環装置41を実際に製作し、このガス回収循環装置41の性能実験を行った。実験例1と同じ加工装置11内で加工される被加工物としてシリコン、反応性ガスとしてSF<sub>6</sub>(純度99.99vol%以上)、キャリアガスとしてHe(純度99.99vol%以上)を用い、加工装置11始動時、反応性ガスボンベ12から反応性ガスを5vol%となるように、キャリアガスボンベ13からキャリアガスを95vol%となるようにそれぞれガスボンベからの流量を調整し系内に投入した。

【0049】また、第1の凝縮器42aでは、排出ガスを1atmで-100℃に深冷し、第2の凝縮器42bでは、分別ガスを1atmで-80℃に深冷し、第3の凝縮器42cでは反応性ガスを3atmで-100℃に深冷し、蒸発槽49では、未反応性ガス凝縮物を1atmで30℃に加熱した。また、上記運転条件におけるガス回収循環装置41の運転中に、図4中符号aないしfで示されている部位を流れるガスを捕集し、その捕集ガスの組成を経時的に測定した。その結果を以下表3に示す。

(以下余白)

【0050】

【表3】

ガス成分	a	b	c	d	e	f
He (vol%)	>94.99	90.08	94.94	96.14	96.14	96.14
SF <sub>6</sub> (vol%)	>4.99	3.61	3.80	3.85	3.85	3.85
反応生成ガス (vol%)	—	6.30	1.25	<1ppm	<1ppm	<1ppm
N <sub>2</sub> (ppm)	<20	<20	<20	<20	<20	<20
O <sub>2</sub> (ppm)	<5	<5	<5	<5	<5	<0.1
H <sub>2</sub> O (ppm)	<5	<5	<5	<5	<0.1	<0.1
その他不純物 (ppm)	<10	<50	<50	<5	<5	<5

(上記表3中の数値の前の符号〈は、該数値以下であることを示し、符号〉は、該数値以上であることを示す。また、表3中反応生成ガスとは、SiF<sub>4</sub>等を示す。)

【0051】上記表3からも明らかなように、ガス循環管路16のf部位のガス(回収ガス)の組成は、HeおよびSF<sub>6</sub>以外の成分が殆ど含有されていない。従って、上記回収ガスを加工装置11内に返送し、再利用しても被加工物の品質に影響を与えないことが確認された。

【0052】図5は、本発明に係るガス回収循環装置の第5実施例を示す図で、図中符号51はガス回収循環装置である。本実施例のガス回収循環装置51と、第1実施例のガス回収循環装置12との相違点は、反応性ガスポンプ12およびキャリアガスポンプ13の各供給口近傍に設けられている供給弁53、54と、供給槽15内の圧力を測定する圧力計55と、供給槽15内の反応性ガスおよびキャリアガス成分を定量分析するガス分析装置56と、上記圧力計55およびガス分析装置56からの情報に基づいて、上記各供給弁53、54を開度を調節して反応性ガスとキャリアガスの補充量を制御する制御装置57を設けた点である。

【0053】上記ガス分析装置56としては、反応性ガス及びキャリアガスの種類に応じてこれらのガスを分析可能な装置が用いられ、例えばガスクロマトグラフ分析装置、質量分析装置、あるいはこれらを組み合わせたものなどが好適に用いられる。

【0054】この装置によれば、圧力計55およびガス分析装置56により供給槽15内の反応性ガスおよびキャリアガスの各濃度と圧力の情報を得、これらの情報に基づいて制御装置57が上記各供給弁53、54を開閉してその開度を調節し、供給槽15内に補充される反応性ガスとキャリアガスの量を制御する。これにより、上

記供給槽15内部は、反応性ガスおよびキャリアガスの各濃度と圧力が常時ほぼ一定の状態に保持される。

【0055】本実施例の上記ガス回収循環装置51では、回収ガスを供給槽15に返送しても加工装置11に供給する供給ガス中の反応性ガスとキャリアガスの組成と圧力が一定に保持されるので、上記加工装置11において安定した加工条件を得ることができる。

【0056】なお、本実施例においては、第1実施例のガス回収循環装置12に、反応性ガスポンプ12およびキャリアガスポンプ13の各供給口近傍に設けられている供給弁53、54と、供給槽15内の圧力を測定する圧力計55と、供給槽15内の反応性ガスおよびキャリアガス成分を定量分析するガス分析装置56と、上記圧力計55およびガス分析装置56からの情報に基づいて、上記各供給弁53、54を開閉して反応性ガスとキャリアガスの補充量を制御する制御装置57とを具備するガス供給量調節のための手段を設けた構成としたが、これらガス供給量調節のための手段は、上述した第2実施例のガス回収循環装置12a、第3実施例のガス回収循環装置31、第4実施例のガス回収循環装置41等と組み合わせることもでき、本実施例のガス回収循環装置51と同様の作用効果を発揮せしめるようにすることもできる。

【0057】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によるガス回収循環装置は、加工装置から排出される排出ガス中の反応生成物を吸着槽で除去し、水分を脱水槽で除去し、酸素を脱酸素槽で除去し、浮遊する微粒子をフィルタで除去する。これにより、上記排出ガス中の反応性ガス及びキャリアガス以外の不要成分が除去され、そこで分離された反応性ガスとキャリアガスが供給系に返送される。従って、上記反応性ガスとキャリアガスの有効利用



を図ることができ、これにより加工装置の運転コストの低減化が可能となる。

【0058】また、本発明によるガス回収循環装置は、ガス循環管路に介在する排出ガス精製手段に、排出ガスを凝縮し、凝縮成分と非凝縮成分とを分離する凝縮手段を加えた構成とすることにより、反応生成物等の不要物質を液体状に封入することができる。

【0059】また、本発明によるガス回収循環装置は、ガス供給系の供給ガス組成を分析するガス分析手段と、該供給ガス圧を測定するガス圧力検出手段と、該ガス分析手段および該ガス圧力検出手段の測定結果に基づいて、該ガス供給系への反応性ガス及びキャリアガスの供給量を制御する制御手段とを設けたことにより、回収ガスを供給系に返送しても供給ガス中の反応性ガスとキャリアガスの組成と圧力が常時一定に保持される。従って、本発明によるガス回収循環装置を設置した加工装置内においては、安定した加工条件が得られる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係るガス回収循環装置の第1実施例を示す概略図である。

【図2】 本発明に係るガス回収循環装置の第2実施例を示す概略図である。

【図3】 本発明に係るガス回収循環装置の第3実施例を示す概略図である。

【図4】 本発明に係るガス回収循環装置の第4実施例を示す概略図である。

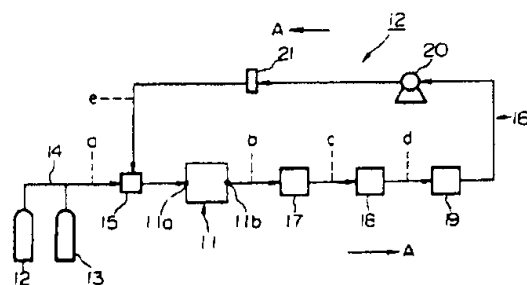
【図5】 本発明に係るガス回収循環装置の第5実施例を示す概略図である。

【図6】 ラジカル反応を用いた加工装置により被加工物を加工する際、該加工装置から排出される排出ガスの従来の処理手順を説明するための図である。

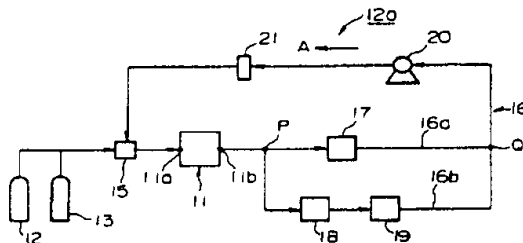
#### 【符号の説明】

- 11…加工装置
- 12, 12a, 31, 41, 51…ガス回収循環装置
- 15…供給槽
- 16…ガス循環管路
- 17…吸着槽
- 18…脱水槽
- 19…脱酸素槽
- 20…ガス吸引・昇圧駆動源
- 21…フィルタ
- 42a…第1の凝縮器
- 42b…第2の凝縮器
- 43c…第3の凝縮器
- 55…圧力計
- 56…分析装置
- 57…制御装置

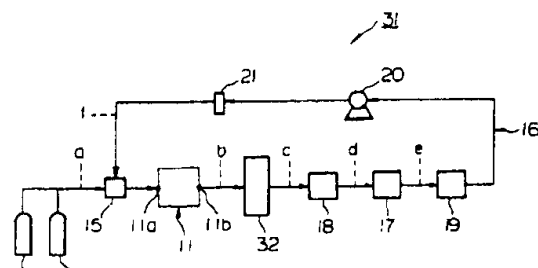
【図1】



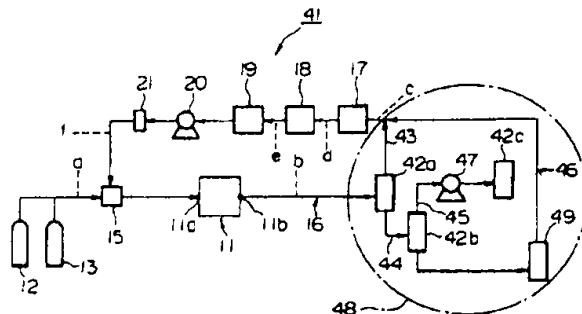
【図2】



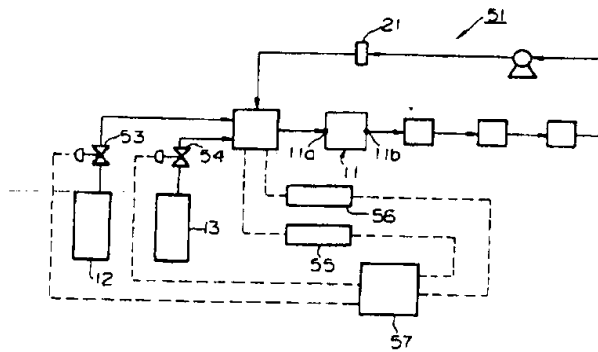
【図3】



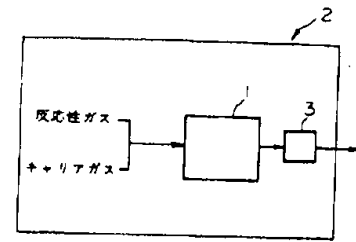
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

B 0 1 D 53.68

C 2 3 F 4.00

// B 0 1 D 53.86

H 0 1 L 21.302

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 8417-4K

Z A B

B 0 1 D 53/36

Z A B Z

H 0 1 L 21/302

Z